

# GAS SEPARATION APPARATUS

**Patent number:** JP2002035527  
**Publication date:** 2002-02-05  
**Inventor:** ABE TETSUYA; TANZAWA SADAMITSU; HIROKI SEIJI; TAJIMA YOSHINOBU; FUTATSUGI TAKASHI  
**Applicant:** JAPAN ATOMIC ENERGY RES INST; ORGANO KK  
**Classification:**  
**- international:** B01D53/02; B01D53/04; B01D53/02; B01D53/04; (IPC1-7): F25J3/02; B01D53/04; B01D53/22; B01D53/34; B01D53/68; B01D53/70; C01B17/45; C01B21/083; H01L21/205; H01L21/3065  
**- european:** B01D53/02; B01D53/04  
**Application number:** JP20000225881 20000726  
**Priority number(s):** JP20000225881 20000726

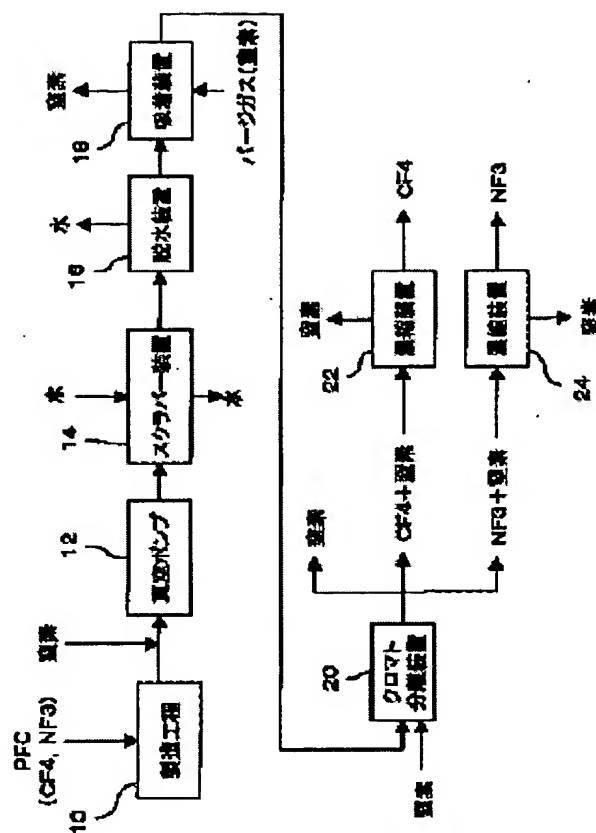
Also published as:

EP1175933 (A1)  
 US6551387 (B2)  
 US2002023540 (A1)

Report a data error here

## Abstract of JP2002035527

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To efficiently concentrate specific gas. **SOLUTION:** Exhaust gas containing PFC gas, which contains CF<sub>4</sub> and NF<sub>3</sub>, generated from a manufacturing process 10 is once adsorbed in an adsorbing device 18 and, thereafter, nitrogen is used as purge gas to desorb the adsorbed gas. Thereby, desorbed gas wherein CF<sub>4</sub> and NF<sub>3</sub> are concentrated is obtained. This desorbed gas is supplied to a chromatographic separator 20 and nitrogen is used as carrier gas to perform chromatographic separation. By this method, CF<sub>4</sub> and NF<sub>3</sub> in the PFC gas can be separated. Especially, since the PFC gas is once concentrated in the adsorbing device 18, the chromatographic separation can be effectively performed. By separately concentrating CF<sub>4</sub> and NF<sub>3</sub> obtained by the chromatographic separation, these gases can be obtained in high concentration to be reutilized in the manufacturing process 10.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-35527

(P2002-35527A)

(43)公開日 平成14年2月5日(2002.2.5)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
B 0 1 D 53/04		B 0 1 D 53/04	G 4 D 0 0 2
53/22		53/22	4 D 0 0 6
53/34	Z A B	C 0 1 B 17/45	G 4 D 0 1 2
53/68		21/083	4 D 0 4 7
53/70		H 0 1 L 21/205	5 F 0 0 4
審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 8 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願2000-225881(P2000-225881)

(22)出願日 平成12年7月26日(2000.7.26)

(71)出願人 000004097

日本原子力研究所

東京都千代田区内幸町2丁目2番2号

(71)出願人 000004400

オルガノ株式会社

東京都江東区新砂1丁目2番8号

(72)発明者 阿部 哲也

茨城県那珂郡那珂町大字向山801番地の1

日本原子力研究所 那珂研究所内

(74)代理人 100075258

弁理士 吉田 研二 (外2名)

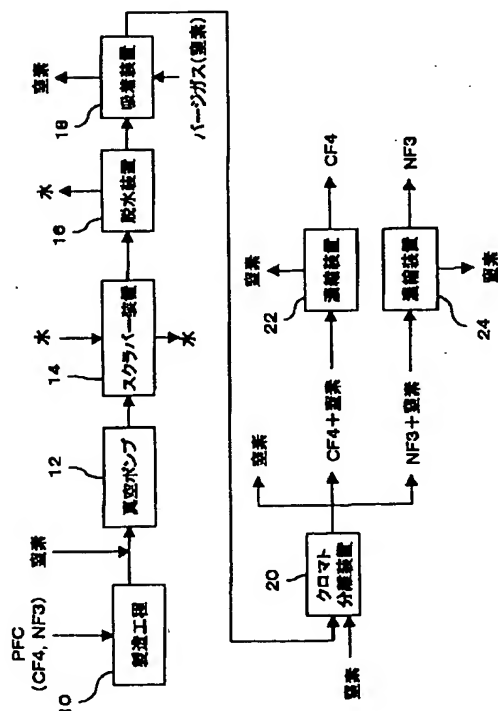
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ガス分離装置

(57)【要約】

【課題】 特定ガスを効率的に濃縮する。

【解決手段】 製造工程10から生じるCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を含むPFCガスを含有する排ガスを吸着装置18で一旦吸着した後、窒素をバージガスとして脱離させる。これによってCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>が濃縮された脱離ガスが得られる。この脱離ガスをクロマト分離装置20に供給し、窒素をキャリアガスとしてクロマト分離する。これによって、PFCガス中のCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を分離することができる。特に吸着装置18にて一旦濃縮しているため、クロマト分離が効果的に行える。そして、クロマト分離して得たCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を別々に濃縮することで、高濃度のこれらガスを得て製造工程10において再利用できる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 複数成分の特定ガスを含有する被処理ガスから特定ガスを分離するガス分離装置であって、被処理ガスの供給により被処理ガス中の特定ガスを吸着し、バージガスの供給によって吸着した特定ガスを排出する吸着手段と、

この吸着手段からの特定ガスを含むガスをクロマト分離して複数成分毎に分離する分離手段と、を有することを特徴とするガス分離装置。

【請求項2】 請求項1に記載の装置において、さらに、前記分離手段で得られた複数成分毎に分離されたガスをそれぞれ別に濃縮する濃縮手段と、を有し、前記濃縮処理手段により得られた濃縮されたガスを回収再利用することを特徴とするガス分離装置。

【請求項3】 請求項1または2に記載の装置において、複数成分の特定ガスは、半導体製造工程から排出されるPFCガスであり、被処理ガスはその他ガスとして窒素を含むことを特徴とするガス分離装置。

【請求項4】 請求項3に記載の装置において、前記PFCガスは、C、N、Sのうち少なくとも1つの元素を構成元素とするフッ素化合物のいずれか1つを含むことを特徴とするガス分離装置。

【請求項5】 請求項3に記載の装置において、前記PFCガスは、CF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>、C<sub>3</sub>F<sub>8</sub>、SF<sub>6</sub>またはCHF<sub>3</sub>のいずれか1つを含むことを特徴とするガス分離装置。

【請求項6】 請求項1～5のいずれか1つに記載の装置において、前記濃縮手段は、膜の透過不透過を利用した膜分離手段または融点の相違を利用した深冷冷却分離手段のいずれかであることを特徴とするガス分離装置。

【請求項7】 請求項1～6のいずれか1つに記載の装置において、前記クロマト分離手段は、複数のクロマトカラムを有し、これらクロマトカラムを順次利用することを特徴とするガス分離装置。

【請求項8】 請求項1～7のいずれか1つに記載の装置において、前記濃縮手段または分離手段において分離された特定ガス以外のガスは、主成分として窒素を含み、この窒素ガスを所定の用途に再利用することを特徴とするガス分離装置。

【請求項9】 請求項8に記載の装置において、前記主成分として窒素ガスを含むガスについて、窒素ガス以外の成分を除去する処理を行うことを特徴とするガス分離装置。

【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、複数成分の特定ガスを含有する被処理ガスから特定ガスを分離するガス分離装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来より、半導体製造工程では、その工程に応じて、各種のガスが利用されている。例えば、ドライエッチング工程や薄膜形成工程などにおいて、CF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>、C<sub>3</sub>F<sub>8</sub>、SF<sub>6</sub>、CHF<sub>3</sub>などのフッ素を含む化合物であるPFC(perfluoro compound)ガスが反応性ガスとして使用され、これらを含む排ガスが生じる。

【0003】これらPFCなどの排ガスは、そのまま系外に排出することはできないため、各種の処理方法で処理される。このような処理方法としては、(i)燃焼、触媒加熱、プラズマ分解などPFCガスを分解する分解処理や、(ii)膜によってこれら物質を分離する膜分離、(iii)ガスの沸点の相違を利用して分離する深冷冷却分離などがある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記(i)分解処理では、完全な分解が難しいことや、ガスを分解して排気するため、回収利用が図れないという問題がある。また、上記(ii)膜分離では、排ガス中の窒素の除去は可能であるが、分子の大きさが近いCF<sub>4</sub>とNF<sub>3</sub>等の分離は困難であるという問題がある。さらに、上記(iii)では、装置が非常に大きくなり、設備費およびランニングコストが非常に高くなり、またCF<sub>4</sub>とNF<sub>3</sub>は、沸点の差が1℃しかなく、この分離が難しいという問題がある。

【0005】本発明は、上記課題に鑑みなされたものであり、安価で高純度に複数成分のガスを分離できるガス分離装置を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、複数成分の特定ガスを含有する被処理ガスから特定ガスを分離するガス分離装置であって、被処理ガスの供給により被処理ガス中の特定ガスを吸着し、バージガスの供給によって吸着した特定ガスを排出する吸着手段と、この吸着手段からの特定ガスを含むガスをクロマト分離して複数成分毎に分離する分離手段と、を有することを特徴とする。

【0007】このように、クロマト分離を行う分離手段を利用することで、被処理ガスに含まれる特定ガス、例えばCF<sub>4</sub>とNF<sub>3</sub>という他の分離方法では分離することが困難な成分の分離を確実に行うことができる。そこで、分離されたCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を回収再利用することができる。

【0008】そして、分離手段の前段に吸着手段を設け、特定ガスを一旦吸着した後バージガスによって脱離させる。このように、一旦吸着した後脱離させること

で、特定ガスを濃縮することができる。そこで、分離手段において、特定ガス、例えばCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を確実に分離することができる。

【0009】また、分離手段で得られた複数成分毎に分離されたガスをそれぞれ別に濃縮する濃縮手段と、を有し、前記濃縮処理手段により得られた濃縮されたガスを回収再利用することが好適である。

【0010】このように、クロマト分離された特定ガス、例えばCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>には、キャリアガス（例えば、窒素）が含まれている。濃縮手段によりキャリアガスを除去することで、特定ガスを回収再利用することができる。

【0011】また、複数成分の特定ガスは、半導体製造工程から排出されるPFCガスであり、被処理ガスはその他ガスとして窒素を含むことが好適である。

【0012】特定ガスがPFCガスである場合、吸着剤としては、活性炭、シリカゲルなどを好適に利用できる。また、脱離の場合には、過熱状態として窒素ガスをバージガスとして利用することが好適である。

【0013】また、前記PFCガスは、C、N、Sのうち少なくとも1つの元素を構成元素とするフッ素化合物のいずれか1つを含むことが好適である。

【0014】また、前記PFCガスは、CF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>、C<sub>3</sub>F<sub>8</sub>、SF<sub>6</sub>、またはCHF<sub>3</sub>のいずれか1つを含むことが好適である。

【0015】また、前記濃縮手段は、膜の透過不透過を利用した膜分離手段または融点の相違を利用した深冷冷却分離手段のいずれかであることが好適である。このような濃縮手段により、例えばPFCガスの濃縮を効果的に行うことができる。

【0016】また、複数のクロマトカラムを有し、これらクロマトカラムを順次利用することが好適である。複数のカラムを利用することで、ほぼ連続して処理を行うことができる。

【0017】また、前記分離手段において分離された特定ガス以外のガスは、主成分として窒素を含み、この窒素ガスを所定の用途に再利用することが好適である。

【0018】また、主成分として窒素ガスを含むガスについて、窒素ガス以外の成分を除去する処理を行うことが好適である。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態（以下実施形態という）について、図面に基づいて説明する。

【0020】半導体製造工場のエッチングや薄膜形成などの製造工程10には、PFCガスが供給される。そこで、PFCガスを含んだ排ガスが生じる。この排ガス経路には、真空ポンプ12の吸い込み側が接続されており、PFCガスを含む排ガスは、この真空ポンプ12によって製造工程10から排気される。なお、PFCガスとしては、CF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>4</sub>、SF<sub>6</sub>等が適宜

使用されるが、本例ではCF<sub>4</sub>と、NF<sub>3</sub>が含まれている。ここで、製造工程10においては、PFCガスが分解してフッ酸を発生するため、排ガス中にはフッ酸も含まれている。このため、排ガスをそのまま真空ポンプ12に導入すると、真空ポンプ12を損傷するおそれがある。そこで、真空ポンプ12に至る排ガス経路において、窒素ガスを希釈ガスとして供給し、排ガスを希釈する。

【0021】真空ポンプ12の吐き出し側は、スクラバー装置14に接続されており、窒素で希釈された排ガスは、スクラバー装置14に供給される。このスクラバー装置14は、水のシャワーによって、排ガス中のフッ酸（HF）を水に溶解除去する。

【0022】スクラバー装置14からの排ガスは、脱水装置16に導入され、ここで水分が除去される。これは、排ガスがスクラバー装置14において、水分を多く含み、後処理工程のためには、水分を除去しておくことが好ましいからである。脱水装置16としては、どのような形式のものを採用してもよいが、排ガスの温度を低下して水分を除去する形式のものが好適である。

【0023】このようにして、得られたPFCガスおよび窒素を含む排ガスは、吸着装置18に供給される。この吸着装置18は、PFCガスを吸着する吸着剤が充填されたカラムからなっている。吸着剤としては、活性炭や、疎水性シリカゲル（焼成物）などが利用されるが、疎水性の吸着剤であれば各種のものが採用可能である。そして、この吸着装置18に排ガスを流すことによって、PFCガスが吸着され、窒素が排出される。

【0024】ここで、所定量のPFCガスを吸着すると、吸着剤のPFCガス吸着能力が上限に近くなる。この段階で、排ガスの供給を停止し、カラムの温度を上げるとともに、バージガスとして窒素を供給し、吸着していたPFCガスをバージガス中に脱離させる。これによって、窒素ガス中にPFCガスが濃縮されたガスが得られる。なお、吸着装置18として、吸着剤が充填されたカラムを複数設け、これを順次使用することが好ましい。これによって、排ガスの処理を連続して行うことができる。

【0025】このようにして、PFCガスを濃縮した場合には、このガスをクロマト分離装置20に供給する。クロマト分離装置20は、内部に所望の充填材を充填したカラムを有し、このカラム中にガスを流通する。これにより、ガス成分毎の充填材に対する親和力（吸着性や分配係数）の相違によりリテンションタイムが異なり、ガスが成分毎に分離される。充填材としては、例えばシリカゲルやモレキュラーシーブを採用することができ、これらによってCF<sub>4</sub>とNF<sub>3</sub>を分離することができる。なお、このクロマト分離装置20においては、キャリアガスとして窒素を用い、これによって充填材に吸着されているCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を順次脱離排出させること

で、CF<sub>4</sub>とNF<sub>3</sub>を分離する。また、CF<sub>4</sub>+NF<sub>3</sub>の画分が生じた場合には、これを流入側に返送するとよい。

【0026】例えば、窒素ガスを流通している状況で、排ガスをここに所定量混入させ、CF<sub>4</sub>が含まれている画分と、NF<sub>3</sub>が含まれている画分を別々に採取する。

【0027】さらに、クロマト分離装置20として、複数カラムを用意しておき、排ガスを各カラムに順次供給し、各画分も各カラムから順次採取することも好適である。

【0028】図2に、4つのカラム20a、20b、20c、20dを用意しこれらに順次排ガスを供給することで、画分を得るための構成例を示す。例えば、カラム20a、20b、20c、20dには、キャリアガスとしての窒素を連続的に供給しておき、入口側のバルブを順次切り換えて排ガスを順次カラムに切り替えて流入する。一方、各カラム20a、20b、20c、20dからは窒素、CF<sub>4</sub>+窒素、CF<sub>3</sub>+NF<sub>3</sub>+窒素、NF<sub>3</sub>+窒素の順序でガスがでてくるため、出口側のバルブを順次切り換えるとともに対応する真空ポンプVPを駆動してこれらガスを分離して排出する。ここで、CF<sub>3</sub>+NF<sub>3</sub>については、そのときに排ガスを流入しているカラムに循環する。

【0029】このようにして、クロマト分離装置20の出口には、窒素、CF<sub>4</sub>+窒素、NF<sub>3</sub>+窒素というガスが得られる。

【0030】クロマト分離装置20の出口における各成分のガスの採取や、図2におけるバルブ切換は、出口ガスの分析結果に基づき行うことが好適である。例えば、示差熱式検出器(TCD)やフーリエ変換-赤外線分析計(FT-IR)等を用いて、成分を検出し、その結果により制御するとよい。

【0031】このような処理により、ガスはその成分毎に分離されるため、CF<sub>4</sub>+窒素、NF<sub>3</sub>+窒素という画分においては、他の物質はほとんど含まれない純粋なものが得られる。

【0032】そして、CF<sub>4</sub>+窒素を濃縮装置22、NF<sub>3</sub>+窒素を濃縮装置24に供給する。この濃縮装置24としては、膜分離装置が好適である。これによって、排ガス中から窒素が分離され、PFCガス(本例の場合、CF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>)が濃縮される。なお、濃縮装置22、24としては、深冷冷却装置を利用することもできる。すなわち、CF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>はその沸点が非常に近い(-128℃、-128.8℃)が、窒素はその沸点が大きく離れている(-195℃)。そこで、この相違を利用して窒素を容易に分離でき、PFCガスを濃縮することができる。

【0033】特に、膜分離装置において、濃縮ガスを何度も循環したり、多段としたり、深冷冷却分離装置を用いることで、窒素をほぼ100%分離して、純粋な、濃

度100%のCF<sub>4</sub>ガスおよびNF<sub>3</sub>ガスを得ることができる。

【0034】そこで、このCF<sub>4</sub>ガスおよびNF<sub>3</sub>ガスを回収して、製造工程10において再利用することができる。

【0035】このように、本実施形態においては、クロマト分離装置20を利用することで、CF<sub>4</sub>とNF<sub>3</sub>という他の分離方法では、分離することが困難な成分の分離を確実に行うことができる。そこで、分離されたCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を回収再利用することができる。

【0036】特に、本実施形態では、クロマト分離装置20の前段に吸着装置18を設け、PFCガスを濃縮しておく。これによって、クロマト分離装置20において、キャリアガスとして窒素を利用しながら、CF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を確実に分離することができる。また画分のCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>の濃度もある程度の高濃度に維持することができる。

【0037】さらに、本実施形態では、クロマト分離装置20で得られたCF<sub>4</sub>+窒素、NF<sub>3</sub>+窒素という画分について、別々の濃縮処理装置22、24によって窒素を除去する。これによって、ほぼ100%窒素を除去して、CF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>を製造工程10において再利用することができる。

【0038】なお、PFCガスとしては、CF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>の他にもC<sub>2</sub>F<sub>4</sub>、SF<sub>6</sub>等があるが、これらは各種手段で比較的容易に分離することができるが、クロマト分離装置20において、かなり離れた画分として得られるので、クロマト分離装置20において、上述の例では窒素として分離していた画分の中でこれらが含まれる画分をそれぞれ分離すればよい。

【0039】また、吸着装置18、クロマト分離装置20、濃縮装置22、24において窒素が得られる。一方、窒素は、真空ポンプ12の前段の希釈ガス、バージガスおよびクロマト分離装置20のキャリアガスとして必要である。そこで、得られた窒素を再利用することも好適である。どの窒素をどこに再利用するかは任意に決定することができるが、真空ポンプ12の前段のガスは原料ガスに近いものであり、この希釈ガスとして窒素を再利用することが好適である。

【0040】また、再利用するガスについては、PFCガスが若干含まれている可能性が高い。そこで、PFCガスを除去する処理を行うことが好適である。この処理としては、従来よりPFCガスの分解方法として知られているプラズマ分解処理、燃焼、触媒加熱処理などが好適である。さらには、膜処理、深冷冷却分離、クロマト分離などを再度行い、PFCガスを分離してから再利用してもよい。

【0041】図3に、プラズマ分解処理を採用した例を示す。このように、吸着装置18、濃縮装置22、24で得られた窒素について、プラズマ分解装置26によっ

てPFCを分解処理し、得られた窒素を希釈ガス、バージガスまたはキャリアガスに再利用する。

【0042】

【実施例】「実施例1」サンプル排ガスとして、CF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>をそれぞれ0.01%（体積%）含有する窒素ガスを調整し、図1に示す装置の吸着装置18に導入し、その後の各工程における処理実験を行った。

【0043】吸着装置18として、活性炭を充填したカラムを利用し、このカラムにサンプル排ガスを通気した。カラムの出口ガスを分析して、ガスにCF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>が含まれ始めたところで、ガスの供給を停止した。そして、カラム温度を上げるとともにバージガスとして窒素を供給し、吸着されたCF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>を脱離させた。これによって、脱離ガスとしてCF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>がそれぞれ10%含有された窒素ガスを得た。次に、得られた脱離ガスをシリカゲルを充填したカラムを用いたクロマト分離装置20に窒素キャリアとして通気した。その結果、カラム出口のガスとして、リテンションタイムの相違で、CF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>の順にガスが分離してでてきた。それぞれの窒素中の濃度は、0.01%で、純度は100%であった。これを吸着装置18（膜分離装置）により窒素を除去することで、ほぼ100%のCF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>ガスが得られた。

【0044】また、吸着装置18、クロマト分離装置20、濃縮装置22、24で得られた窒素について分析したところ、10ppmのPFCガスを含んでいた。この窒素についてプラズマ分解処理を施すことで、PFCガスをほぼ全部分解することができ、無害化することがで

きた。そこで、このガスが真空ポンプ12前段の希釈用ガスまたはクロマト分離装置20におけるキャリアガスとして利用可能であることが確認された。

【0045】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、クロマト分離を行う分離手段を利用することで、被処理ガスに含まれる特定ガス、例えばCF<sub>4</sub>とNF<sub>3</sub>という他の分離方法では分離することが困難な成分の分離を確実に行うことができる。そこで、分離されたCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を回収再利用することができる。特に、分離手段の前段に吸着手段を設け、特定ガスを一旦吸着させた後脱離させることで特定ガスを濃縮しておく。これによって、分離手段において、特定ガス、例えばCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>を確実に分離することができる。さらに、分離手段によりクロマト分離された特定ガス、例えばCF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>には、キャリアガス（例えば、窒素）を濃縮手段により濃縮することで、特定ガスを高純度で得ることができ、これを回収再利用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 実施形態の構成を示す図である。

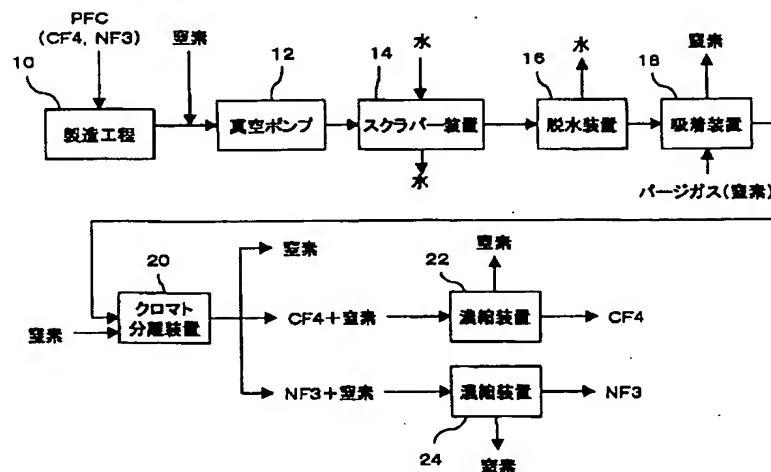
【図2】 複数カラムを用いるクロマト分離装置の構成を示す図である。

【図3】 窒素の処理工程を示す図である。

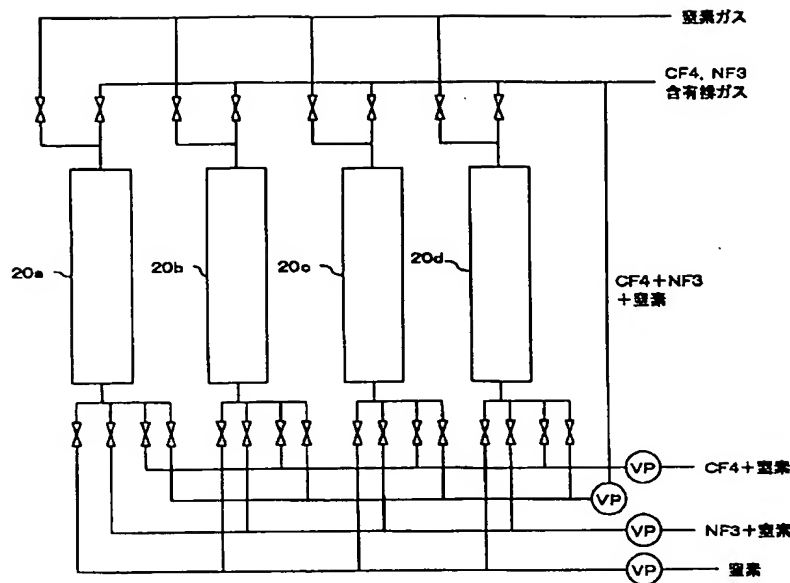
【符号の説明】

10 製造工程、12 真空ポンプ、14 スクラバ装置、16 脱水装置、18 吸着装置、22、24 濃縮装置、20 クロマト分離装置。

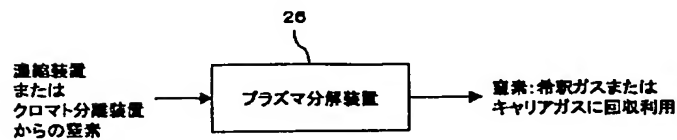
【図1】



【図2】



【図3】



## 【手続補正書】

【提出日】平成13年6月21日(2001. 6. 21)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項6

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項6】 請求項1～5のいずれか1つに記載の装置において、前記濃縮手段は、膜の透過不透過を利用した膜分離手段または沸点の相違を利用した深冷冷却分離手段のいずれかであることを特徴とするガス分離装置。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正内容】

【0015】また、前記濃縮手段は、膜の透過不透過を利用した膜分離手段または沸点の相違を利用した深冷

却分離手段のいずれかであることが好適である。このような濃縮手段により、例えばPFCガスの濃縮を効果的に行うことができる。

## 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正内容】

【0020】図1は、本発明の一実施形態の装置構成を示す図である。半導体製造工場のエッチングや薄膜形成などの製造工程10には、PFCガスが供給される。そこで、PFCガスを含んだ排ガスが生じる。この排ガス経路には、真空ポンプ12の吸い込み側が接続されており、PFCガスを含む排ガスは、この真空ポンプ12によって製造工程10から排気される。なお、PFCガスとしては、CF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>4</sub>、SF<sub>6</sub>等が適宜使用されるが、本例ではCF<sub>4</sub>と、NF<sub>3</sub>が含まれている。ここで、製造工程10においては、PFCガスが分解してフッ酸を発生するため、排ガス中にはフッ酸も含

まれている。このため、排ガスをそのまま真空ポンプ12に導入すると、真空ポンプ12を損傷するおそれがある。そこで、真空ポンプ12に至る排ガス経路において、窒素ガスを希釈ガスとして供給し、排ガスを希釈する。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正内容】

【0028】図2に、4つのカラム20a、20b、20c、20dを用意しこれらに順次排ガスを供給することで、画分を得るための構成例を示す。例えば、カラム20a、20b、20c、20dには、キャリアガスとしての窒素を連続的に供給しておき、入口側のバルブを順次切り換えて排ガスを順次カラムに切り替えて流入する。一方、各カラム20a、20b、20c、20dからは窒素、CF<sub>4</sub> + 窒素、CF<sub>4</sub> + NF<sub>3</sub> + 窒素、NF<sub>3</sub> + 窒素の順序でガスがでてくるため、出口側のバルブを順次切り換えるとともに対応する真空ポンプVPを駆動してこれらガスを分離して排出する。ここで、CF<sub>4</sub> + NF<sub>3</sub>については、そのときに排ガスを流入しているカラムに循環する。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正内容】

【0032】そして、CF<sub>4</sub> + 窒素を濃縮装置22、NF<sub>3</sub> + 窒素を濃縮装置24に供給する。この濃縮装置2

2、24としては、膜分離装置が好適である。これによって、排ガス中から窒素が分離され、PFCガス（本例の場合、CF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>）が濃縮される。なお、濃縮装置22、24としては、深冷冷却装置を利用することもできる。すなわち、CF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>はその沸点が非常に近い（-128℃、-128.8℃）が、窒素はその沸点が大きく離れている（-195℃）。そこで、この相違を利用して窒素を容易に分離でき、PFCガスを濃縮することができる。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正内容】

【0043】吸着装置18として、活性炭を充填したカラムを利用し、このカラムにサンプル排ガスを通気した。カラムの出口ガスを分析して、ガスにCF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>が含まれ始めたところで、ガスの供給を停止した。そして、カラム温度を上げるとともにバージガスとして窒素を供給し、吸着されたCF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>を脱離させた。これによって、脱離ガスとしてCF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>がそれぞれ10%含有された窒素ガスを得た。次に、得られた脱離ガスをシリカゲルを充填したカラムを用いたクロマト分離装置20に窒素ガスをキャリアとして通気した。その結果、カラム出口のガスとして、リテンションタイムの相違で、CF<sub>4</sub>、NF<sub>3</sub>の順にガスが分離してでてきた。それぞれの窒素中の濃度は、0.01%で、純度は100%であった。これを吸着装置18（膜分離装置）により窒素を除去することで、ほぼ100%のCF<sub>4</sub>およびNF<sub>3</sub>ガスが得られた。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7	識別記号	FI	テ-マ-ド (参考)
C 0 1 B 17/45		F 2 5 J 3/02	Z 5 F 0 4 5
21/083		B 0 1 D 53/34	Z A B
H 0 1 L 21/205			1 3 4 C
21/3065			1 3 4 E
// F 2 5 J 3/02		H 0 1 L 21/302	B
(72) 発明者 丹澤 貞光	茨城県那珂郡那珂町大字向山801番地の1 日本原子力研究所 那珂研究所内	(72) 発明者 ニツ木 高志	東京都江東区新砂1丁目2番8号 オルガ ノ株式会社内
(72) 発明者 廣木 成治	茨城県那珂郡那珂町大字向山801番地の1 日本原子力研究所 那珂研究所内		
(72) 発明者 田嶋 義宣	東京都江東区新砂1丁目2番8号 オルガ ノ株式会社内		



Fターム(参考) 4D002 AA22 AA23 AC10 BA02 BA04  
BA07 BA13 CA01 CA07 DA35  
DA41 DA45 DA46 EA01 EA02  
EA05 EA08 FA01 HA01 HA02  
HA04  
4D006 GA41 KA01 KA51 KA71 KB12  
KB19 KB30 PA04 PB19 PB63  
PB70 PC01  
4D012 CA12 CB11 CB16 CD03-CD05  
CG01 CH02 CH04 CH08 CH10  
CJ02  
4D047 AA07 AB00 AB02 BB03 DA03  
5F004 BC02 BC04 DA01 DA02 DA03  
DA16 DA17 DA18  
5F045 EE14 EG07 EG09